



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

Offenlegungsschrift  
DE 197 28 357 A 1

51 Int. Cl. 6:  
H 01 J 37/28 BAS

21 Aktenzeichen: 197 28 357.8  
22 Anmeldetag: 3. 7. 97  
43 Offenlegungstag: 7. 1. 99

71 Anmelder:

Munz, Martin, 12163 Berlin, DE; Sturm, Heinz,  
12205 Berlin, DE; Schulz, Eckhard, Dr., 14513  
Teltow, DE

72 Erfinder:

gleich Anmelder

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Vorrichtung und Verfahren in der kontaktierenden Rasterkraftmikroskopie mit periodischer Modulation der Auflagekraft zur Messung der lokalen elastischen und anelastischen Eigenschaften von Oberflächen unter Konstanthaltung der Deformation im Kontaktbereich von Meßsonde und Probenoberfläche

57 Die Erfindung bezieht sich auf ein Rasterkraftmikroskop im Kontaktmodus mit periodischer Modulation der Auflagekraft, das durch einen zusätzlichen Regelkreis so ausgerüstet wird, daß die Kontaktfläche von Sonde und zu untersuchender Oberfläche unabhängig von den lokalen mechanischen Eigenschaften der Oberfläche ist sowie auf das Verfahren zum Betrieb und der Signalerfassung an einem solchen Mikroskop. Der Vorteil gegenüber dem Stand der Technik besteht darin, daß dieses Verfahren die Messung der dynamisch-mechanischen Kennwerte der Oberfläche mit hoher Ortsauflösung ermöglicht.

Die Größe der Kontaktfläche zwischen Spitze und Probe ist neben der Auflagekraft auch von den lokalen mechanischen Eigenschaften der Probe abhängig. Andererseits beeinflußt die Größe der Kontaktfläche die über die Meßsonde detektierten Normal- und Reibungskräfte und bestimmt die laterale Auflösung der Messung. Ohne die Zusatzregelung ist die Kontaktfläche an weichen Stellen der Probenoberfläche aufgrund der erhöhten Indentation durch die Sondenspitze vergrößert und damit die auf die Biegefeder wirkende Kraft höher als dem lokalen E-Modul der Probe entspricht, was den Kontrast zwischen Weich- und Hartphase der Probe verschlechtert. Für eine verlässliche Interpretation ebenso wie für eine Kalibrierung der Meßdaten ist daher eine von den lokalen mechanischen Eigenschaften der Probe unabhängige Kontaktfläche zwischen Sonde und Probe erforderlich.

Das Anwendungsgebiet umfaßt alle ...

DE 197 28 357 A 1

DE 197 28 357 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Rasterkraftmikroskop im Kontaktmodus mit periodischer Modulation der Auflagekraft, das durch einen zusätzlichen Regelkreis so ausgerüstet wird, daß die Kontaktfläche von Sonde und zu untersuchender Oberfläche unabhängig von den lokalen mechanischen Eigenschaften der Oberfläche ist sowie auf das Verfahren zum Betrieb und der Signalerfassung an einem solchen Mikroskop.

Die Größe der Kontaktfläche von Spitze und Probe ist neben der Auflagekraft auch von den lokalen mechanischen Eigenschaften der Probe abhängig. Andererseits beeinflusst die Größe der Kontaktfläche die über die Meßsonde detektierten Normal- und Reibungskräfte und bestimmt die laterale Auflösung der Messung. Ohne Zusatzregelung ist die Kontaktfläche an weichen Stellen der Probenoberfläche aufgrund der erhöhten Indentation durch die Sondenspitze vergrößert und damit die auf die Biegefeder wirkende Kraft höher als dem lokalen E-Modul der Probe entspricht, was den Kontrast zwischen Weich- und Hartphase der Probe verschlechtert. Für eine verlässliche Interpretation der Meßdaten ist daher eine von den lokalen mechanischen Eigenschaften der Probe unabhängige Kontaktfläche zwischen Sonde und Probe erforderlich.

Das Anwendungsgebiet umfaßt alle Kraftwechselwirkungs-Mikroskopie und Härtemeßverfahren, bei denen die Sondenspitze in mechanischem Kontakt mit der Probenoberfläche steht und deren Auflagekraft variiert wird.

Die Erfindung bezieht sich auf ein Rasterkraftmikroskop im Kontaktmodus mit periodischer Modulation der Auflagekraft, das durch einen zusätzlichen Regelkreis so ausgerüstet wird, daß die Kontaktfläche von Sonde und zu untersuchender Oberfläche unabhängig von den lokalen mechanischen Eigenschaften der Oberfläche ist sowie auf das Verfahren zum Betrieb und der Signalerfassung an einem solchen Mikroskop.

In der Rasterkraftmikroskopie wird die zu untersuchende Oberfläche mit einer feinen Spitze (Krümmungsradius 10–70 nm) abgerastert, die am Ende eines mikroskopischen Federbalkens (sog. Cantilever) angebracht ist. Bei Annäherung der Spitze an die Oberfläche (Fig. 2) wirken zunächst anziehende van-der-Waals Kräfte (negative Kräfte im Bereich 1), die schließlich im Kontakt in abstoßende Kräfte (Bereich 2) zwischen Oberfläche und Spitze übergehen. Die Kraft-Distanz Kurve dieser Normalkräfte ergibt sich aus dem entsprechenden Lennard-Jones Potential. Die Größe der auf die Spitze wirkenden Kraft wird i.a. über die Ablenkung eines Lichtzeigers detektiert, der auf der Rückseite des Cantilevers fokussiert ist. Wegen der nur geringen Verbiegung des Cantilevers gilt für den Zusammenhang zwischen Federkraft  $F_c$  und Verbiegung  $b$  des Cantilevers am Ort des Laserspots das Hookesche Gesetz:

$$F_c(z) = k_c b(z), \quad (1)$$

wenn  $k_c$  die Federkonstante des Cantilevers bezeichnet.  $z$  steht im folgenden für die Normalkoordinate zur Oberfläche,  $x$  und  $y$  seien die Koordinatenachsen der Scanebene.

Im sogenannten "Constant Force Mode" wird mittels eines Regelkreises und eines piezoelektrischen Aktuators die  $z$ -Position der Nadel so nachgeführt, daß die Verbiegung  $b(z)$  des Cantilevers bzw. die gemessene Kraft zwischen Spitze und Probe und damit die  $z$ -Position der Spitze relativ zur Probenoberfläche konstant bleibt. Trägt man die Regelspannung am Piezoelement auf gegen die laterale Position der Spitze in der Scanebene, so erhält man ein Abbild der Topographie des abgerasterten Bereiches.

Um über die Topographiedaten hinaus auch materialspezifische mechanische Größen wie lokale Steifigkeit und Dämpfung zu messen, kann im Kontakt die Auflagekraft der Spitze auf der Probe beispielsweise sinusförmig moduliert werden, während die Spitze die Probenoberfläche abrastert. Dieses Verfahren erlaubt simultan zur Topographiemessung die Aufzeichnung der lokalen elastischen und anelastischen Eigenschaften mit hoher lateraler Auflösung. Die ebenfalls mögliche Aufnahme von Kraft-Distanz Kurven an diskreten lateralen Positionen würde bei ungleich niedrigerer lateraler Auflösung wesentlich höhere Meßzeiten erfordern.

Zur Charakterisierung der lokalen mechanischen Eigenschaften der zu untersuchenden Probenoberfläche wird bei der üblicherweise indirekten Kraft-Modulation entweder die Basis des Cantilevers oder die Probe in  $z$ -Richtung (also senkrecht zur Probenoberfläche) mittels eines Piezoelementes (beispielsweise mit einer Amplitude der Größenordnung 0.1–10 nm um einen Arbeitspunkt auf dem repulsiven Ast der Kraft-Distanz Kurve) moduliert [1]. Hierbei wird im allgemeinen eine sinusförmige Modulation gewählt [2]. Die Frequenz dieser Modulation muß oberhalb der Abschnidefrequenz des Regelkreises für die statische Federauslenkung (Kraftkonstanz) liegen, um ein partielles Ausregeln des Modulationshubes zu vermeiden.

Unterhalb der Resonanz kann die Wirkung der Anregungsamplitude  $z^{\text{dyn}}$  in die Amplitude der Verbiegung des Cantilevers  $b^{\text{dyn}}(x,y)$ , die Amplitude  $\sigma^{\text{dyn}}(x,y)$  der dynamischen Indentation der Probe und die Amplitude  $\tau^{\text{dyn}}(x,y)$  der dynamischen Deformation der Spitze zerlegt werden (Fig. 3 mit Krümmungsradius  $R$ , Kontaktradius  $a$ , Indentation  $\sigma$  und Spitzendeformation  $\tau$ ):

$$z^{\text{dyn}} = b^{\text{dyn}}(x,y) + \sigma^{\text{dyn}}(x,y) + \tau^{\text{dyn}}(x,y) \quad (2).$$

Über die modulationsinduzierte Cantilever-Verbiegung wird auch die Auflagekraft der Spitze sinusförmig moduliert. Dieser dynamische Anteil  $b^{\text{dyn}}$  der Verbiegung wird ebenso wie der statische  $b^{\text{stat}}$  über die Ablenkung des Laser-Lichtzeigers auf der Segment-Photodiode detektiert:

$$b(t) = b^{\text{stat}} + b^{\text{dyn}} \cos(\omega t - \phi). \quad (3).$$

Anschließend Lock-In Verstärkung bei der Anregungsfrequenz liefert Amplitude und Phase von  $b^{\text{dyn}}$ , deren Aufzeichnung (üblicherweise in Form eines Graustufenbildes) schließlich eine Kartierung der lokalen Steifigkeit und Dämpfung der abgerasterten Probenoberfläche ermöglicht.

Stellen mit hoher Steifigkeit bewirken eine stärkere Verbiegung des Cantilevers, da sie nur eine geringe Indentation erlauben (Kräftegleichgewicht zwischen Cantilever und Kontakt). Die gemessene Amplitude ist also ein Maß für die lokalen elastischen Eigenschaften der Probe, während die Phase deren lokalen visko-plastischen Eigenschaften charakterisiert [3].

Dieses Verfahren gestattet somit eine Kontrastierung sowohl der lokalen Steifigkeit als auch der lokalen Visko-Plastizität der Probenoberfläche. Mit der Abhängigkeit der Indentation  $\sigma^{\text{dyn}}(x,y)$  und der Deformation  $\tau^{\text{dyn}}(x,y)$  von den lokalen mechanischen Eigenschaften der Probe sind jedoch die physikalischen Bedingungen, unter denen die Probenoberfläche abgetastet wird, lokal unterschiedlich, da sich die Kontaktfläche zwischen Spitze und Probe mit  $\sigma^{\text{dyn}}(x,y)$  und  $\tau^{\text{dyn}}(x,y)$  ändert und damit die an ihr auftretenden Normal- und Lateralkräfte beeinflusst werden. Darüberhinaus wird die Größe der Kontaktfläche auch durch lokal veränderliche Adhäsionskräfte beeinflusst. Diese Zusammenhänge sollen in den folgenden Punkten 1) bis 4) kurz dargelegt werden:

## 1) Mechanik des Kontaktes Spitze und Probe

Bei einer idealen Versuchsführung ist der Kontaktradius  $a$  an allen Stellen gleich, denn nach dem Hertz-Modell [4,5,7,8] ist die Federkonstante  $k_{ts}$  des Kontaktes proportional zum Kontaktradius. Für den Kontakt zwischen einer rein elastischen Kugel und einer steifen Ebene gilt nach Hertz für die Steifigkeit (also die Federkonstante)  $k_{ts}$  des Kontaktes:

$$k_{ts} = 2 a E_{ts} \quad (4)$$

wenn  $a$  den Kontaktradius bezeichnet und  $E_{ts}$  den reduzierten Modul der beiden Materialien:

$$1/E_{ts} = (1-\nu_t^2)/E_t + (1-\nu_s^2)/E_s \quad (5).$$

Hierbei stehen  $\nu_t$  und  $\nu_s$  für die Poisson-Verhältnisse von Spitze bzw. Probenoberfläche und  $E_t$ ,  $E_s$  für die jeweiligen E-Moduli. Das Hertz-Modell erlaubt also die Beschreibung der Deformation  $\tau$  der Meßspitze.

Die Indentation  $\sigma$  der Probenoberfläche kann nach dem Sneddon-Modell berechnet werden [5], das die Kontaktmechanik zwischen einer rein elastischen Fläche und einer steifen Kugel beschreibt.

Der aus beiden Verformungen  $\sigma$  und  $\tau$  resultierende Kontaktradius  $a$  kann in guter Näherung [5] dem größeren der beiden Werte nach dem Hertz- und dem Sneddon-Modell gleichgesetzt werden. Die Deformation  $\tau$  der Spitze kann im allgemeinen nicht vernachlässigt werden, da sie nach [8] mit  $R$ - ansteigt, also gerade für kleine Krümmungsradien  $R$ , wie sie für die Spitzen der verwendeten Cantilever typisch sind, starke Änderungen zeigt. Bei gegen das harte Spitzenmaterial Si ( $E = 1.1 \cdot 10^{11}$  Pa) oder  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ( $E = 1.5 \cdot 10^{11}$  Pa, [8]) sehr viel weicheren Materialien wie Polymere ( $E = 0.1-10 \cdot 10^9$  Pa) oder Biomaterialien ( $E = 0.1-100 \cdot 10^6$  Pa) spielt die Deformation  $\tau$  der Spitze jedoch keine Rolle [5]. Der Kontaktradius  $a$  ist dann durch den Sneddon'schen Wert gegeben.

Für die gesamte Deformation  $\kappa$  des Kontaktes in Normalrichtung ergibt sich mit dessen Steifigkeit  $k_{ts}$ :

$$\kappa = \sigma + \tau = F_N/k_{ts} \quad (6)$$

wobei  $F_N$  die Normalkraft bezeichnet.

An Stellen mit geringem lokalem E-Modul  $E_s(x,y)$  der Probenoberfläche resultiert aus (4) und (5) ein entsprechend niedriger Wert für  $k_{ts}(x,y)$  und somit eine größere Indentation  $\sigma(x,y)$  als an härteren Stellen. Die mit zunehmender Indentation  $\sigma(x,y)$  einhergehende Vergrößerung des Kontaktradius  $a$  erhöht nach (4) aber wiederum die Kontaktsteifigkeit  $k_{ts}$ , so daß die weiche Phase eine größere Verbiegung des Cantilevers hervorruft als ihrem E-Modul entspricht. Dieser Effekt führt somit zu einer Reduktion im Amplitudenkontrast zwischen Hart- und Weichphasen der Probe.

## 2) Amplituden- und Phasengang bei sinusförmiger Modulation der Auflagekraft

Die Wechselwirkung zwischen der Spitze und einer im allgemeinen viskoelastischen Probenoberfläche kann ohne Einschränkung der Allgemeinheit unter Annahme jeweils einer einzigen Relaxationszeit durch ein rheologisches Modell beschrieben werden, bei dem die anelastischen Deformationen des Cantilevers bzw. des Kontaktbereiches durch Voigt-Kelvin Elemente (Parallelschaltung einer Feder  $k_c$  bzw.  $k_{ts}$  und eines Dämpfers  $\beta_c$  bzw.  $\beta_{ts}$ ) beschrieben werden (Fig. 4). Die effektive Masse  $m^*$  ergibt sich aus der Resonanzfrequenz des freien Cantilevers. In Fig. 4 kennzeich-

net 1 die statische Haltezeit des Cantilevers, 2 das den Cantilever beschreibende Kelvin Element und 3 das entsprechende den Kontaktspitze-Probe beschreibende Voigt-Kelvin Element.

Die Dämpfung im Kontakt kann entweder durch viskoses Fließen oder durch plastische Verformung verursacht werden. Die Lösung der resultierenden Bewegungsgleichung liefert das Verhältnis von Verbiegungsamplitude und Anregungsamplitude  $b^{dyn}/z^{dyn}$  und die Phasenverschiebung  $\phi$  zwischen Anregung  $z^{dyn} \cdot \cos(\omega t)$  und Antwort  $b^{dyn} \cdot \cos(\omega t - \phi)$ . Fig. 5 demonstriert den Einfluß von Änderungen in  $k_{ts}$  auf den Amplitudengang  $\log(b^{dyn}/z^{dyn})$  und den Phasengang  $\phi$  berechnet nach dem in Fig. 4 skizzierten Punktmasse-Modell mit folgenden Parametern: Resonanzfrequenz des freien Cantilevers 15 kHz, Federkonstante  $k_c = 0.2$  N/m und den Dämpfungskonstanten  $\beta_c = 10^4$  s<sup>-1</sup> bzw.  $\beta_{ts} = 10$  s<sup>-1</sup>. Das Verhältnis der Federkonstanten des Kontaktes und des Cantilevers  $k_{ts}/k_c$  hat für die Kurven 1, 2 und 3 die Werte 0.1, 1 und 10.

Allgemein ist der Hub zwischen Kurven zu unterschiedlichen Parametern  $k_{ts}$  bzw.  $\beta_{ts}$ , ein Maß für die Stärke des entsprechenden Kontrastes im Amplituden- bzw. Phasenbild. Während sich mit Variation von  $k_{ts}$  neben Amplitudenänderungen die Lage der Resonanz verschiebt, bewirkt die Variation in  $\beta_{ts}$  außer Phasenänderungen im wesentlichen eine Verbreiterung der Resonanz.

## 3) Einfluß der Adhäsion

Berücksichtigt man zusätzlich zur von außen wirkenden Auflagekraft  $F_c$  die zwischen zwei kontaktierenden Oberflächen wirkende Adhäsionskraft, so findet man bei gegebenem Krümmungsradius  $R$  der Spitze nach dem Modell von Johnson, Kendall und Roberts [7] für den Kontaktradius  $a$ :

$$a^3 = (3R/4E^*) \{ F_c + 6\pi\gamma R + [12\pi\gamma R F_c + (6\pi\gamma R)^2]^{1/2} \} \quad (7).$$

Hierbei ist  $2\gamma = \gamma_t + \gamma_s - 2\gamma_{ts}$ , wobei  $\gamma_t$  und  $\gamma_s$  die Oberflächenenergien pro Flächeneinheit von Spitze bzw. Probe und  $\gamma_{ts}$  die Grenzflächenenergie pro Flächeneinheit angeben.  $\gamma$  kann aus der Kraft bestimmt werden, die notwendig ist, um die Spitze zur Überwindung der Adhäsionskräfte wieder von der Oberfläche zu trennen (Fig. 2). Für die sog. Pulloff-Kraft  $F_p$  findet man:

$$F_p = -3\pi\gamma R \quad (8).$$

Der Kontaktradius wächst also (nichtlinear) sowohl mit der eingestellten Auflagekraft  $F_c$  als auch mit der Adhäsionsenergie  $\gamma$ . Die auf die Probenoberfläche wirkende Gesamtkraft  $F_N$  in Normalrichtung ergibt sich als Summe aus  $F_c$  und der Adhäsionskraft. Die gesamte Federkraft  $F_c(t)$  setzt sich nach (1) und (3) zusammen aus einem statischen und einem dynamischen Beitrag bei der Anregungsfrequenz.

Der nach Gleichung (7) gegebene Kontaktradius ändert sich mit der Kraft  $F_c$ . Die bei sinusförmiger Variation von  $F_c$  resultierende Fourierkomponente von  $a$ , bezeichnet mit  $\hat{a}_\omega$ , ist in Fig. 6 dargestellt als Funktion des E-Moduls  $E_s$  der Probenoberfläche. Die Kurven 1 bis 5 wurden berechnet für verschiedene Werte der Amplitude des dynamischen Anteils von  $F_c$ , nämlich 0.2 (Kurve 1), 0.5 (2), 1.0 (3), 2.0 (4) und 4.0 nN (5). Der statische Anteil von  $F_c$  betrug in allen Fällen 10 nN, die Adhäsionsenergie  $\gamma$  0.5 J/m<sup>2</sup> und der Krümmungsradius  $R$  der Spitze 20 nm.  $\hat{a}_\omega$  steigt an mit fallenden Werten von  $E_s$  und zunehmendem Anteil der dynamischen Kraft.

## 4) Einfluß der Reibungskräfte

Neben der Steifigkeit des Kontaktes von Spitze und Oberfläche ist auch die infolge der Rasterbewegung wirkende Reibungskraft nach dem Adhäsions-Modell von der Kontaktfläche  $\pi a^2$  abhängig [9]:

$$F_F = \tau \pi a^2. \quad (9).$$

Hierbei kennzeichnet  $\tau$  die Grenzflächenscherfestigkeit der beiden Reibpartner. Für den Kontakt mit einem einzelnen Asperiten ergibt sich bei Anwendung des Johnson-Kendall-Roberts Modells nach (7) und (9) eine nicht-lineare Abhängigkeit der Reibungskraft  $F_F$  von der Normalkraft  $F_N$ , die auch experimentell nachgewiesen werden konnte [9]. Von der Kontaktfläche abhängige Reibungskräfte bewirken aber bei veränderlichen Indentationen, wie sie bei mechanisch inhomogenen Proben schließlich auftreten, lokal unterschiedliche Scherbelastungen der Probe, und zwar treten gerade an weichen Stellen infolge der höheren Indentation größere Scherkräfte auf die u. U. zu einer Schädigung des Materials führen können.

Der Kontaktradius  $a$  bestimmt also wesentlich sowohl die Steifigkeit des mechanischen Kontaktes als auch die infolge der rasternden Bewegung auftretenden Reibungskräfte zwischen Spitze und Probe. Mechanisch inhomogene Proben lassen bei der bisherigen Meßmethode an weichen Stellen eine größere dynamische Indentation durch die Spitze zu und weisen damit einen an diesen Stellen erhöhten Kontaktradius mit der Spitze auf, werden also nicht unter gleichbleibenden mechanischen Bedingungen abgetastet. Ein von diesen Variationen im Kontaktradius befreiter und damit fehlerfrei interpretierbarer mechanischer Kontrast erfordert also eine von den lokalen mechanischen Eigenschaften unabhängige Deformation  $\kappa(x,y) = \kappa_0$ . Der somit ortsunabhängige Kontaktradius gewährleistet ferner auch eine an allen Stellen gleiche laterale Auflösung im mechanischen Kontrast. Der Zusammenhang zwischen Kontaktradius und lateraler Auflösung wurde in [8] diskutiert.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, durch eine geeignete Versuchsführung zu gewährleisten, daß die Probenoberfläche unabhängig von ihren lokalen mechanischen Eigenschaften an allen Stellen unter den gleichen physikalischen Bedingungen abgetastet wird und aus den zur Verfügung stehenden Signalen Aussagen über die lokalen elastischen und anelastischen Eigenschaften der zu untersuchenden Probenoberfläche zu gewinnen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß mit Hilfe eines Regelkreises die Differenz von Anregungsamplitude  $z^{dyn}$  und Amplitude der Verbiegung des Cantilevers  $b^{dyn}$  konstant gehalten wird, indem die Anregungsamplitude  $z^{dyn}$  als Stellgröße behandelt wird (Fig. 1). Dazu werden die Meßgrößen  $b^{dyn}$  und  $z^{dyn}$  bzw. dazu proportionale (i.a. elektrische) Signale S1 und S2 aus dem Rasterkraftmikroskop und der zugehörigen Meßelektronik (SFM) einem Differenzierer D zugeführt. Das resultierende Signal S3 ist dann die Differenz  $z^{dyn} - b^{dyn}$  bzw. ein dazu proportionales Signal. Das Signal S3 wird als Regelgröße einer Reglereinheit R zugeführt. Deren Stellgröße S4 ist  $z^{dyn}$  bzw. ein dazu proportionales Signal. Alternativ kann auch direkt Signal S4 mit Signal S1 im Differenzierer D verarbeitet werden, wobei Signal S4 u. U. noch in V um eine passend zu wählende Zeitdauer zu verzögern ist.

Mit Glg. (2) ist die Differenz  $z^{dyn} - b^{dyn}(x,y)$  gleich der Summe von Indentation  $\sigma^{dyn}(x,y)$  und Deformation  $\tau^{dyn}(x,y)$ . An weichen Stellen ist die Verbiegung  $b^{dyn}(x,y)$  klein, so daß bei konstanter Anregungsamplitude  $z^{dyn}$  ohne Zusatzregelung (ungeregelt) eine große Deformation  $\kappa^{dyn}$

mit einer entsprechend großen Kontaktradius auftreten würde (Fig. 1). Bei der erfindungsgemäßen Versuchsführung (geregelt) wird die Anregungsamplitude  $z^{dyn}$  hingegen durch den Regelkreis so auf einen kleineren Wert zurückgenommen, daß die gesamte Deformation  $\kappa^{dyn}$  in Normalrichtung gleich dem eingestellten Sollwert der Regelgröße  $z^{dyn}(x,y) - b^{dyn}(x,y)$  ist und damit der Kontaktradius  $a$  unverändert bleibt. Weiche Stellen entsprechen also einer geringeren Anregungsamplitude  $z^{dyn}(x,y)$ .

Die dynamische Indentation kann man in einer linearen Näherung in einen durch die externe Auflagekraft hervorgerufenen und einen durch die Adhäsionsenergie verursachten intrinsischen Anteil zerlegen. Auf die Kontaktfläche und den Cantilever wirkt immer die Summe von externer und intrinsischer Kraft. Über den Regelkreis wird der externe Anteil so geändert, daß die gesamte Deformation  $\kappa^{dyn}$  und damit der Kontaktradius  $a$  unabhängig von den lokalen mechanischen Eigenschaften wird.

Im erfindungsgemäßen Betrieb des Regelkreises stehen neben dem Fehlersignal (Regelgröße)  $z^{dyn} - b^{dyn}$  die beiden Signale Amplitude  $b^{dyn}$  und Phase  $\phi$  zur Verfügung, die unterschiedliche physikalische Informationen liefern:

- Im Kräftegleichgewicht ist nach (1) und (6) der Amplitudenkontrast  $b^{dyn}$  proportional zur Federkonstanten  $k_{is}$  des Kontaktes und damit nach (4) ein Maß für den E-Modul  $E_s$  der Probenoberfläche.
- Die Phasenverschiebung  $\phi$  zwischen der Piezomodulation und  $b^{dyn}$  liefert Aussagen über die lokalen visko-plastischen Eigenschaften der Probenoberfläche.

## Literaturhinweise

- [1] P. Maivald, H.J. Butt, S.A.C. Gould, C.B. Prater, B. Drake, J.A. Gurley, V.B. Elings, P.K. Hansma Nanotechnology 2, 103 (1991).
- [2] T. Kajiyama, K. Tanaka, I. Ohki, S.R. Ge, J.S. Yoon, A. Takahara Macromolecules 27 (26), 7932 (1994).
- [3] M. Radmacher, R.W. Tillmann, H.E. Gaub, Biophysical Journal 64, 735 (1993).
- [4] J.P. Aime, Z. Elkaakour, C. Odin, T. Bouhacina, D. Michel, J. Curely, A. Dautant, J. Appl. Phys. 76 (2), 754 (1994).
- [5] M. Heuberger, G. Dietler, L. Schlapbach Nanotechnology 5, 12 (1994).
- [6] N.A. Burnham, A.J. Kulik, G. Gremaud, P.-J. Gallo, F. Oulevey J. Vac. Sci. Technol. B 14 (2), 794 (1996).
- [7] K.L. Johnson, K. Kendall, A.D. Roberts Proc. R. Soc. London Ser. A 324, 301 (1971).
- [8] M. Heuberger, G. Dietler, L. Schlapbach J. Vac. Sci. Technol. B 14 (2), 1250 (1996).
- [9] E. Meyer, R. Lüthi, L. Mowald, M. Bammerlin, M. Guggisberg, H.-J. Güntherodt, J. Vac. Sci. Technol. B 14 (2), 1285 (1996).

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Konstanthaltung der von einer in ihrer Auflagekraft modulierten Sondenspitze hervorgerufenen dynamischen Deformation im Kontaktbereich von Sondenspitze und Probe, gekennzeichnet dadurch, daß die Differenz von Anregungsamplitude  $z^{dyn}$  und dynamischer Verbiegung  $b^{dyn}$  des Cantilevers über einen Regelkreis konstant gehalten wird.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Regelung in Form eines digitalen oder eines analogen Reglers (etwa vom Typ PID) ausgestaltet ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß das zu  $b^{dyn}$  proportionale Gleichspannungssignal über ein geeignetes Verfahren erzeugt wird, etwa über den Amplitudenkanal eines Lock-In Verstärkers oder über einen Amplitude-to-DC Konverter.

4. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Steuergröße des Reglers als Gleichspannung zur Amplitudenmodulation der Anregungsspannung für den Weggeber (etwa piezoelektrischen Aktuator) so verwendet wird, daß die Modulationsamplitude  $z^{dyn}$  proportional zu dieser Ausgangs-Gleichspannung ist.

5. 1. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß zur meßtechnischen Bestimmung der Modulationsamplitude  $z^{dyn}$  und damit des Proportionalitätsfaktors zwischen  $z^{dyn}$  und dem Steuersignal (S4) ein faseroptischer Abstandssensor eingesetzt wird, der die Divergenz von Infrarot-Strahlung in Abhängigkeit des Abstandes zwischen Faserende und einer sich mit der Probenoberfläche bewegend und zu dieser parallelen Fläche ausnützt.

2. Vorrichtung nach Anspruch 5.1, gekennzeichnet dadurch, daß alternativ die Modulationsamplitude  $z^{dyn}$  interferometrisch bestimmt wird.

6. 1. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Regelgröße (S3) über einen Differenzierer (D) als Differenz aus den beiden Meßgrößen Modulationsamplitude  $z^{dyn}$  und Amplitude  $b^{dyn}$  der dynamischen Cantilever-Verbiegung bzw. den dazu proportionalen Signalen (S2) und (S1) gebildet wird (Variante 1).

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Regelgröße (S3) über einen Differenzierer (D) mit vorgeschaltetem Verzögerer (V) aus der zur Modulationsamplitude  $z^{dyn}$  proportionalen Stellgröße (S4) und der Amplitude  $b^{dyn}$  der dynamischen Cantilever-Verbiegung bzw. dem dazu proportionalen Signal (S1) gebildet wird (Variante 2). Die Verzögerung muß dabei so gewählt werden, daß sie der Laufzeit  $t_{RS}$  der Regelstrecke entspricht, so daß der Subtrahierer die Größe  $b^{dyn}(t+t_{RS})$  von der zugehörigen (und mit dem entsprechenden Konversionsfaktor zwischen S4 und  $z^{dyn}$  gewichteten) Anregung  $S4(t)$  abzieht, die die Systemantwort  $b^{dyn}(t+t_{RS})$  hervorgerufen hat. Bei dieser Variante können die Verfahren nach Anspruch 5 zur Bestimmung der Konversion zwischen S4 und  $z^{dyn}$  eingesetzt werden.

3. Vorrichtung nach Anspruch 6.2, gekennzeichnet dadurch, daß Verzögerung und Subtraktion in einer der Reglereinheit vorgeschalteten Stufe durchgeführt werden oder in die Reglereinheit integriert werden.

7. 1. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Signale Amplitude und Phase, sowie die Regel- und Störgröße simultan zur Topographie und optional auch einem Reibungskontrast in Abhängigkeit vom Ort der rasternden Sonde aufgezeichnet werden.

2. Vorrichtung nach Anspruch 7.1, gekennzeichnet dadurch, daß die Signale zeilenweise in nur einer oder in beiden Scanrichtungen ("hin und zurück") aufgezeichnet werden.

8. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß beim wiederholten Scannen der Zeile die bereits vorhandene Information über lokale Änderungen in der Regelgröße entlang der Zeile dazu verwendet wird, um an Stellen mit großem Gradienten in der Regelgröße die Scangeschwindigkeit herabzusetzen und somit Regelabweichungen vom Sollwert zu reduzieren.

zieren.

9. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß simultan oder alternativ zur Modulation in Normalrichtung die Probe oder die Sonde in der Scanebene vibriert wird und optional auch das daraus resultierende dynamische Reibungssignal verwendet wird.

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

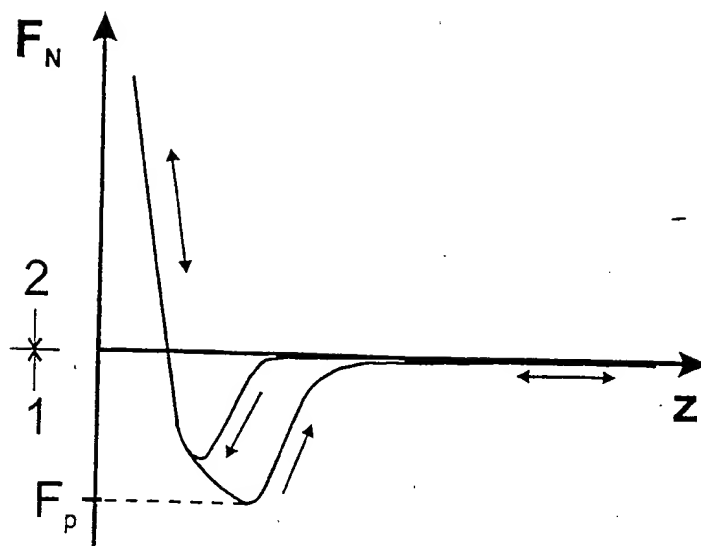


FIG. 2

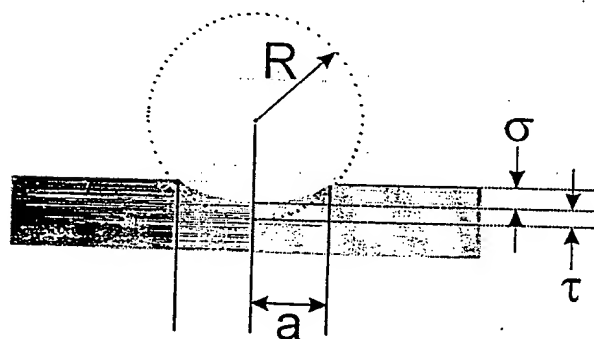


FIG. 3

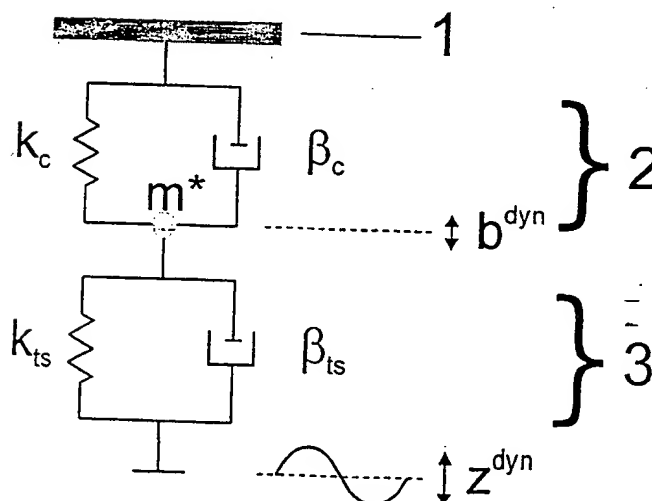


FIG. 4

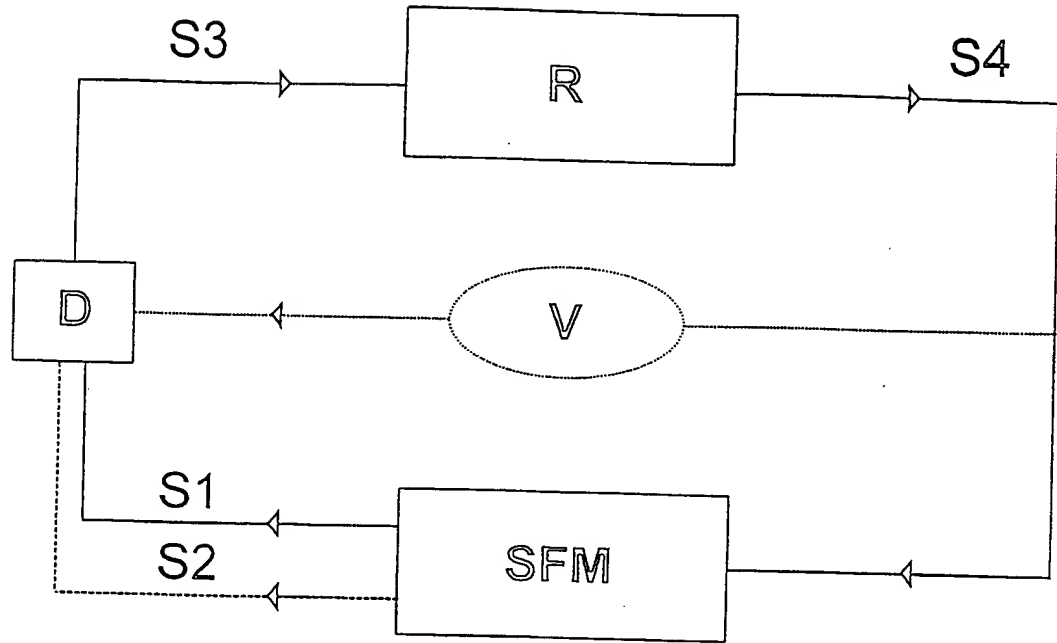


FIG. 1

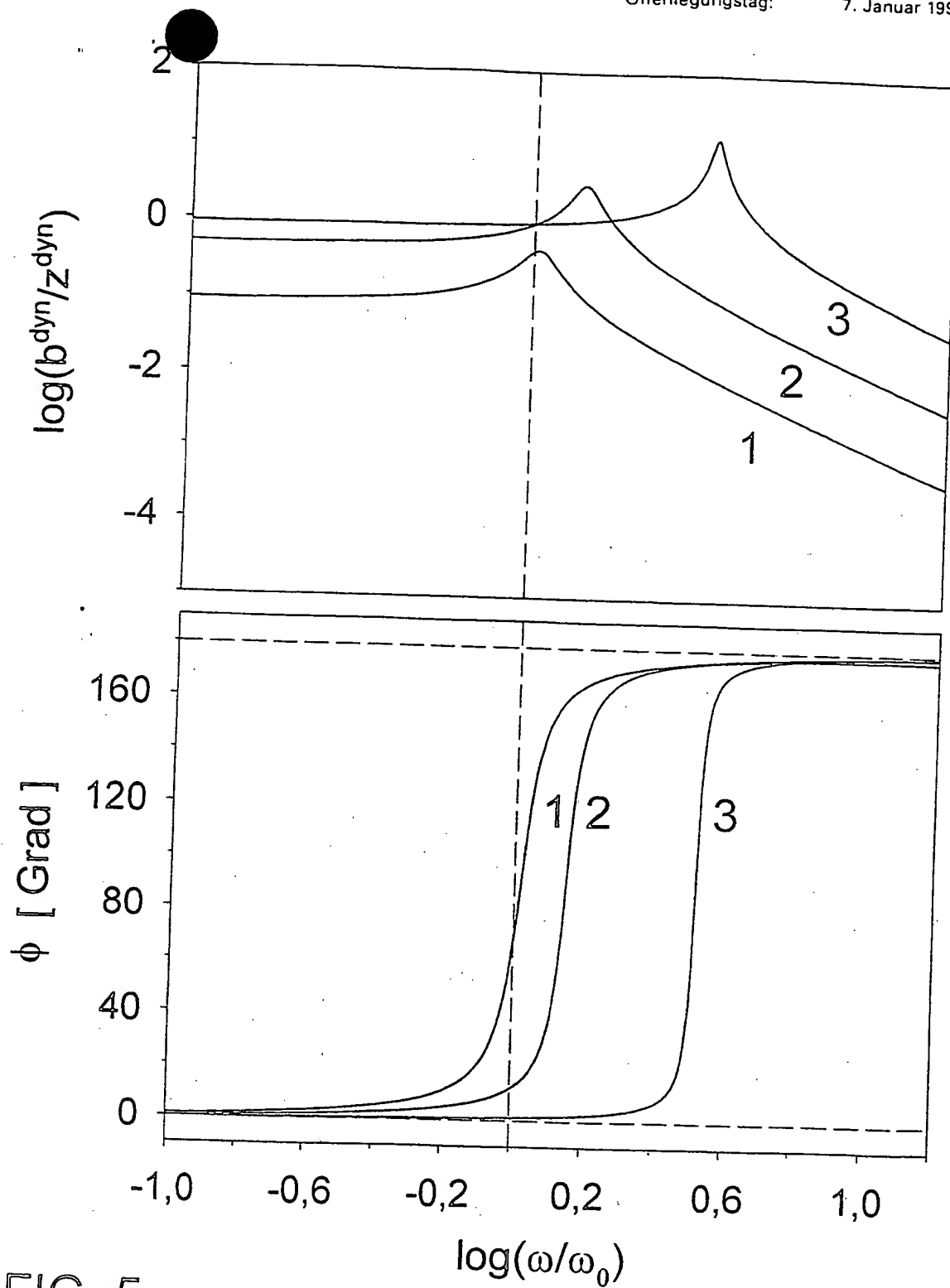


FIG. 5



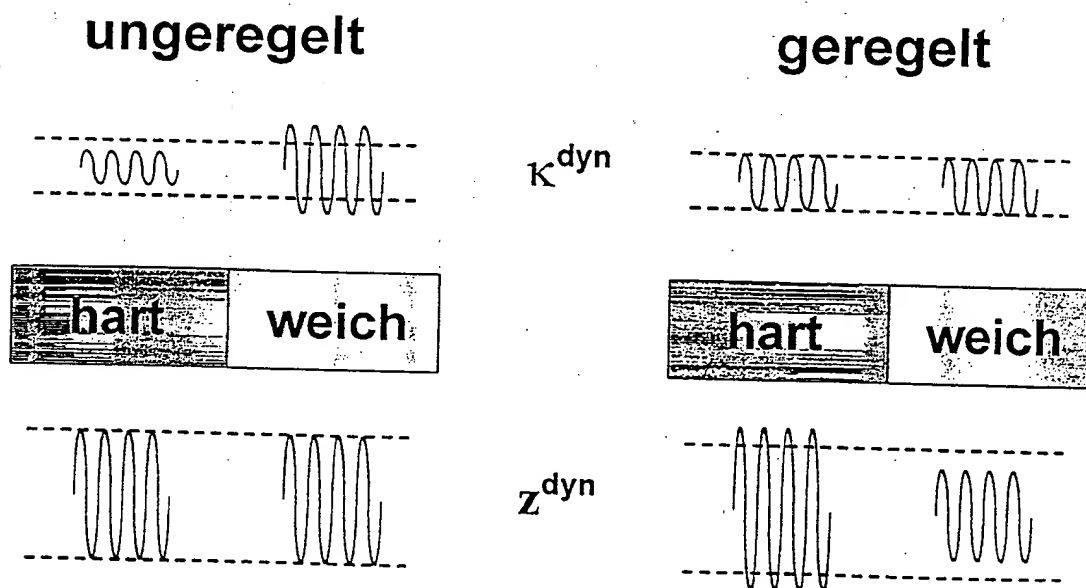
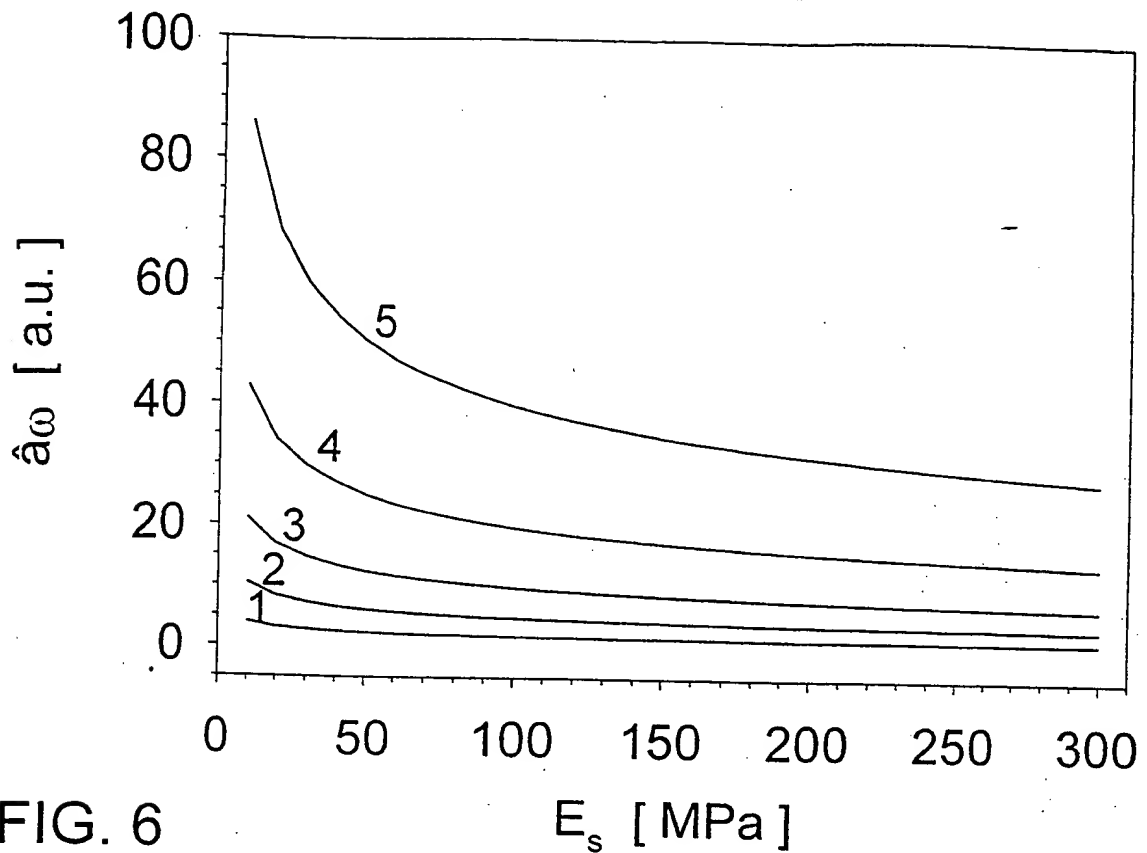


FIG. 7